

明 細 書

光学スペクトルの測定による試料の複素誘電率測定方法及び測定装置 技術分野

[0001] 本発明は、基板及び基板上の薄膜に光を照射し、その光学スペクトルの変化の測定に基づいて基板上の薄膜の複素誘電率を測定する装置並びにその測定法に関するものである。

背景技術

[0002] コンデンサーの容量測定から進化した容量法により、数GHz以下においては、LCRメータを用いて、基板上の薄膜の複素誘電率を測定することができる(例えば、下記「特許文献1」参照)。容量法における高周波側の測定限界は、電極のロスの影響及び電極のインダクタンスによるLC共振の効果を補正することが困難なことに決定される。

[0003] 高周波領域における複素誘電率測定においては、一般に共振器法が用いられている。基板上の薄膜の複素誘電率は、その薄膜と電極から構成されたストリップライン及びマイクロストリップライン等において、ネットワークアナライザーを用いて伝搬方向に対する強度と位相の変化の測定から求めることができる(例えば、下記「特許文献2」参照)。この方法により、0.1GHz～10GHz領域における複素誘電率測定が可能となる。この場合、高周波側の測定限界は、線路を構成する導体のロスを完全に分離、除去して薄膜だけの特性を得ることが困難なことに決定される。

[0004] さらに高周波領域において、基板上の薄膜の複素誘電率を測定するためには、空洞共振器法が用いられている。空洞共振器中に基板上の薄膜試料を挿入した時としない時の共振周波数及びQ値等をネットワークアナライザーにより測定し、薄膜の複素誘電率を求めている(例えば、下記「特許文献3」参照)。この方法によると、1GHz～50GHz領域の複素誘電率の測定が可能になる。この場合の高周波側の測定限界は、空洞共振器の物理的な大きさにより決定される。つまり、空洞共振器の寸法は、波長程度(50GHzにおいては、約6mm)であり、このとき空洞共振器の寸法精度が、共振器作製の工作精度とほぼ一致してしまうことである。寸法精度が低いと大きい測定

誤差を生じてしまう。

- [0005] 上述の容量法及び共振器法においては、測定器具の寸法に合わせるために、挿入する測定用試料に加工を必要とする破壊測定法であり、試料の加工には相当の手間と費用を要する。また、作製した試料の外形寸法、特に測定器具の内壁に接触する部分の寸法精度が低いと、大きい測定誤差が生じ、正確な測定は困難になる。
- [0006] 測定する試料に加工を加えない2つの非破壊測定法がある。一方は、導波管の間に試料を挟む方法であり、他方は、試料に光を照射する方法である。
- [0007] 2つの導波管により試料を挟み込み、一方の開口面の反射係数及び他方の開口面の透過係数をネットワークアナライザーで測定し、これらの絶対値と位相角を、マックスウェル方程式を解くことにより導出した連立方程式に代入して、基板上の薄膜の複素誘電率を求めている(例えば、下記「特許文献4」参照)。この方法は、非共振器法と呼ばれ、非破壊測定である。この方法によると、1GHz～100GHz(波長で約3mm)領域の複素誘電率測定が可能になる。この場合の高周波側の測定限界は、上記段落[0004]及び[0005]と同様に、導波管の工作精度により決定される。
- [0008] 複素誘電率測定のためには、低周波側から高周波側に向かう『電気的測定法』とは別に、高周波側から低周波側に向かう『光学的測定法』がある。一般に、光学測定技術においては、非破壊、非接触、大気圧下で複素誘電率の測定が可能である。これらの光学測定法は、自由空間法と呼ばれている。
- [0009] 試料に光を照射してその時の光学的応答(反射光又は透過光)から、複素誘電率を求める方法においては、試料の厚さを d 、その屈折率を n として、測定波長を λ とすると、 nd/λ の比が小さいほど、複素誘電率の測定が困難になる。これは、光は波動であり、波の『山』と『谷』を繰り返しながら進んでいくが、試料が薄くなると、例えば $nd/\lambda = 0.001$ 程度になると、試料は入射光の『山』と『谷』の間のほんの一部分としか相互作用しなくなり、試料から見ると直流の電場が作用したように見えるからである。直流においては、コンデンサーは、単なる絶縁体であり、複素誘電率は実数の定数に近づく。以上のような理由で、 nd/λ の比が小さいときは、複素誘電率の測定が困難になる。
- [0010] 透明な試料に光を入射させて、その透過スペクトルを測定して薄膜の複素誘電率

を求めようとする時、薄膜の厚さが薄くなり、測定波長が長くなると、その測定は困難になる。この状況の計算の結果を図1に示す。ここでは、試料の厚さと複素誘電率は固定で、測定波長を変えたときの透過率スペクトルの計算結果である。基板(S)の厚さと屈折率がそれぞれ $700\mu\text{m}$ と 3.4155 で、薄膜(F)の厚さと屈折率がそれぞれ $0.4\mu\text{m}$ と 1.812 としている。各図において、実線が基板上の薄膜からなる試料の透過率スペクトル($T(F/S)$)であり、点線が基板のみの透過率スペクトル($T(S)$)である。これらの図において、スペクトルは、約2フリンジ(干渉縞)分のみ描いてある。

[0011] 図1(a)は入射波長が $5\mu\text{m}$ 近傍(中赤外光)で $nd/\lambda = 0.14$ であり、図1(b)~(d)においては、それぞれ波長を1桁ずつ長くした場合である。図1(d)は波長が 5mm 近傍で(周波数においては、 60GHz 近傍で)、 $nd/\lambda = 0.00014$ である。図1(c)と(d)においては、基板のみの透過率スペクトル($T(S)$)と基板上の薄膜の透過率スペクトル($T(F/S)$)の差がほとんど無く、このままでは $0.4\mu\text{m}$ の薄膜の複素誘電率を求めることは非常に困難である。ここで、複素誘電率(ϵ)と複素屈折率(n)の間には、『 n の2乗が ϵ に等しい($n^2 = \epsilon$)』の関係が成立する。単に屈折率と言う時は、複素屈折率の実数部のことである。

[0012] 自由空間法には、固定入射角度における反射係数の振幅及び位相を直接測定する方法(例えば、下記「非特許文献1」参照)並びに反射率の入射角度依存、反射率の試料厚さ依存及び反射率の周波数依存から複素誘電率を求める方法がある(例えば、下記「非特許文献2」参照)。固定入射角度による測定法においては、反射係数の振幅と位相を測定するために、ネットワークアナライザー等の高価な測定機器が必要である。入射角度を変える方法においては、エネルギー反射率の測定だけであるので、ネットワークアナライザーを必要としない。しかし、両方の測定に共通して、反射率の絶対値を測定しなければならない。このためには、試料と同じ大きさの金属平板を基準試料とする必要があり、この金属平板の大きさと設置位置を被測定試料と同一にしないと測定誤差が生じるという問題がある。

[0013] 金属の基準試料を必要としない、新しい反射測定法が開発されている。試料にミリ波帯にある円偏波を照射した時の、試料によるTE波の反射係数とTM波の反射係数との比を求め、この比から複素誘電率を求める方法である(例えば、下記「特

許文献5」参照)。

- [0014] 自由空間法による測定之感度は一般に低い。これまでのトップデータは、シリコン基板上の厚さ $d=3.27\text{ }\mu\text{m}$ の低誘電体(Low-k)ポリマー薄膜($n=1.7$)に、入射角度を変えながら925GHz($\lambda=324\text{ }\mu\text{m}$)のサブミリ波を照射してブリュスター角度前後での反射率を測定して複素誘電率を決定している(例えば、下記「非特許文献3」参照)。この時の nd/λ の値は、0.02である。
- [0015] 上述のように、電気的測定法から出発しても、光学的測定法から出発しても、周波数が30GHz~3THz(波長で100 μm ~10mm)の間で基板上の薄膜の複素誘電率を測定することは一般に困難な測定である。
- [0016] 現在通信システムに利用されている周波数帯域として、1.9GHz帯、2.45GHz帯の準マイクロ波帯域及び19GHz帯の準ミリ波帯域がある。準マイクロ波帯域は、パーソナル・ハンディ・ホン・システム(PHS)及び中速無線LANの構内無線機器に割り当てられている。一方、準ミリ波帯域は、高速無線LANの構内無線機器に割り当てられている。
- [0017] さらに高周波の30GHz~3THzの領域は、今後の開発が期待される領域である。50GHz帯域のコードレス通信システムの研究開発、60GHz帯域及び76GHz帯域の衝突防止用車載レーダ並びに超高速無線LANの研究開発は盛んで、情報通信技術の大きな飛躍が期待されている。さらに高周波領域は、現状においては、ミリ波・サブミリ波天文学及び核融合プラズマ研究開発の中で実用化され、重要な役割を果たしている。この高周波領域用の新しいデバイス開発のためには、この高周波領域での従来物質及び新物質の複素誘電率の測定が、必要不可欠であり、重要な技術である。
- [0018] 半導体産業での、デバイスの高集積化、微細化に伴い、半導体ウェーハに対する品質要求は厳しくなってきた。特に基板となる半導体ウェーハについては、高平坦度が求められ、その都度、研磨技術のめざましい進歩によりその要求に応えてきた。
- [0019] しかし、平坦度の向上には、研磨技術だけではなく、それを評価するための高精度な平坦度測定法及び装置が必要である。商品化された半導体の厚さ測定に広く使用されている非接触でウェーハ全面の平坦度の評価が可能な方法は、静電容量法と光

干渉法である。

[0020] 静電容量法においては、互いに向き合う2つの電極(平板コンデンサー)の間に試料を挿入し、静電容量の変化を検出して試料の局所的厚さを測定している。このコンデンサーを試料表面上でスキャンして全面の平坦度を求めている(例えば、下記「特許文献6」参照)。静電容量法は、光干渉方式の平坦度測定法に比べて、パーティクルの影響が少ない利点があり、またスライスウェーハからパターン付きのウェーハまで種々のウェーハ厚さ及び平坦度を非接触に測定できる。しかし、この方法は、半導体ウェーハ表面に界面活性剤水溶液の塗布を必要とし、さらに半導体ウェーハ表面に存在する自然酸化膜を除去しなくてはならない等の前処理を必要とする。

[0021] 干渉法においては、半導体ウェーハに例えば赤外線を照射して、試料からの反射光を検出器で電気信号に変換する。測定されたスペクトルには、半導体ウェーハ内部での多重反射のためのフリンジがあらわれる。このフリンジの間隔から試料の局所的厚さが求まる。この光照射位置を試料表面上でスキャンして全面の平坦度を求めている(例えば、下記「特許文献7」参照)。この方法は、前処理が不要で、研磨加工工程中にin situでの計測も可能である。

[0022] 現在実用化されている研磨加工方法で達成できる平坦度は、 $1\sim 5\mu\text{m}$ である(例えば、下記「特許文献7」参照)。これに、研磨加工前に基板の表面形状を平坦度測定器で計測して、この測定結果を基にして基板を矯正チャックで真空吸着しながら変形させて所望の形状に矯正した後、その矯正形状を保持した状態で研磨加工をおこなうと、 $0.3\mu\text{m}$ の平坦度が達成できる(例えば、下記「特許文献8」参照)。

[0023] 特許文献1:特開2002-286771号公報

特許文献2:特開平11-166952号公報

特許文献3:特開2002-228600号公報

特許文献4:特開2002-214161号公報

特許文献5:特開2000-193608号公報

特許文献6:特開平10-281710号公報

特許文献7:特開平8-216016号公報

特許文献8:特開平5-315307号公報

非特許文献1:機能材料、Vol. 18,No10, (1998), p.47

非特許文献2:電子情報通信学会論文誌、B-II,Vol. J80-B-II, No10, (1997), p.906

非特許文献3:Applied Physics Letter vol.74, (1999), 2113~2115

非特許文献4:光学・電子光学II、著者 藤原邦男、山口重雄、(朝倉物理学講座12、朝倉書店)p138~156

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0024] 本発明は、従来技術の実情に鑑みて為されたものであって、今後の製品開発の方向が30GHzより高周波側であること、この周波数領域における基板上のLow-k(低誘電体;これについては後で説明する。)薄膜の複素誘電率の測定に対する需要が大きいこと、さらにこの周波数領域で薄膜の厚さが $1\mu\text{m}$ 以下でも複素誘電率が測定できる技術であれば、実際の半導体産業の製造現場でin situの製品管理のための装置として実用化できることから、30GHzより高周波側で基板上の薄膜の複素誘電率の測定を可能とする技術開発をめざす。しかし、実際半導体産業で使われている半導体ウェーハの平坦度は $1\mu\text{m}$ より大きいために、従来のような単なる高感度複素誘電率測定装置の開発では、上記の目標は達成できない。この発明においては、基板の平坦度と基板上の薄膜の複素誘電率の両方を同じ測定装置で測定して、薄膜の厚さが $1\mu\text{m}$ 以下であっても複素誘電率が測定できる方法及び装置を提供することを技術的課題とする。

課題を解決するための手段

- [0025] 以下段落[0026]から[0033]までは、光の透過による解決手段について述べ、段落[0034]から[0044]までは、光の反射による解決手段について述べる。

- [0026] <透過の場合> 半導体基板が透明である波長においては、透過率測定が可能である。さらに基板が平行平板であれば、基板内の多重反射のために、その透過スペクトルにフリンジ(干渉縞)が現れる。この透過スペクトルのフリンジにおいて、スペクトルピークの位置を与える周波数(以下、「ピーク周波数」ということもある。)は、

[数1]

$$\nu_s = \frac{cN}{2d_s \sqrt{n_s^2 - \sin^2 \theta}}$$

で表される。ここで、 c と N は、それぞれ光速と整数であり、 ν_s 、 d_s 、 n_s 及び θ は、それぞれピーク周波数、基板の厚さ、基板の屈折率及び入射角度である。同様に、基板上の薄膜の透過スペクトルにもフリンジが現れ、このフリンジのピーク周波数は、

[数2]

$$\nu_f = \frac{cN}{2d_s \sqrt{n_s^2 - \sin^2 \theta} + 2d_f \sqrt{n_f^2 - \sin^2 \theta}}$$

で表される。ここで、 ν_f 、 d_f 、 n_f は、それぞれピーク周波数、薄膜の厚さ、薄膜の屈折率である。

[0027] 基板のピーク周波数とその基板に薄膜を成膜した試料におけるピーク周波数の差

$\Delta \nu (= \nu_s - \nu_f)$ (以下「ピーク周波数差」という。)は、(数1)及び(数2)から求まり、

[数3]

$$\frac{\Delta \nu}{\nu_s} \approx - \frac{d_f \sqrt{n_f^2 - \sin^2 \theta}}{d_s \sqrt{n_s^2 - \sin^2 \theta}}$$

である。

[0028] ここで、高誘電体 (High-k) 膜の場合についてまず見積もってみる。基板が例えばシリコン ($n_s=3.4$, $d_s=700 \mu\text{m}$) で、薄膜 (厚さ $d_f=1 \mu\text{m}$) が金属のような High-k 材料の場合には $n_f \sim 100$ 又はそれ以上が可能である。この時、65GHz 付近のミリ波を垂直入射で照射した時の上記ピーク周波数差 $\Delta \nu$ は、(数3) から、 -2.7GHz と求まる。一方、(数1) から基板のフリンジのピーク周波数は、63GHz と求まる。High-k 薄膜が有る場合と無い場合には、ピーク周波数が、1 フリンジの中で約 4% ($= -2.7/63$) 低周波側へずれるのであるから、これは各々の試料の透過スペクトルを測定すれば、検出可能な量であり、 $1 \mu\text{m}$ の厚さの High-k 薄膜の複素誘電率を求めることができる。ちなみに、図 (a) では、ピーク位置は 1 フリンジ中で約 13%、図 1 (b) では約 1.5%、それぞれ低周波側へずれている。

[0029] 次に低誘電体 (Low-k) 膜の場合について見積もってみる。基板が例えばシリコン (

$n_s=3.4$ 、 $d_s=700\text{ }\mu\text{m}$)であり、薄膜(厚さ $d_f=1\text{ }\mu\text{m}$)がシリコンの熱酸化膜(SiO_2)のようなLow-k材料においては、 $n_f=1.8$ である。この時、65GHz付近のミリ波を入射角度を変えながら照射した時のピーク周波数差 $\Delta\nu$ (数3)と、シリコン基板におけるフリンジのピーク周波数 ν_s (数1)を求めた結果を表1にまとめる。

[表1]

	0度	60度	70度	80度	85度	90度
$\Delta\nu$ (GHz)	-0.0492	-0.0447	-0.0436	-0.0430	-0.0428	-0.0428
ν_s (GHz)	63.0252	65.1749	65.5798	65.8479	65.9182	65.9419
$\Delta\nu/\nu_s$ (%)	-0.078	-0.068	-0.067	-0.065	-0.065	-0.065

Low-k薄膜が有る時と無い時で、ピーク位置が、1フリンジの中で最大約0.078%($=\Delta\nu/\nu_s=-0.04916/63.02520$)しか低周波数側へ変位しない。このために各々の試料の透過スペクトルを測定しても、ピーク周波数の差を検出できず、Low-k薄膜の複素誘電率を求めることができない。

表1の計算においては、シリコンの複素屈折率の実数部が有限の値($n_s=3.4$)で、虚数部をゼロ($k=0$)としているので、透過ピークにおいては、透過率は100%になっている。さらに、表1の第3行目(ν_s)は、第一番目のフリンジのピーク周波数($N=1$)で、さらにフリンジのピーク間隔でもある。

[0030] S偏向とP偏向の透過率(T_s と T_p)と反射率(R_s と R_p)の入射角度依存性を図2に示す。ここでは、シリコン基板($n_s=3.4$ で $d_s=700\text{ }\mu\text{m}$)に60GHzのミリ波を照射した場合についての計算結果である。S偏向の透過率(T_s)に注目すると、入射角度を増加させると、透過率は、30度程度から単調に減少を始め、60度程度から減少の度合いを強め、90度で零になっている。P偏向の透過率(T_p)でも75度付近のブリュスター角度で最大値になった後は、入射角度を増加させると、透過率は単調に減少して、90度で零になっている。

[0031] 段落[0029]から、基板内の多重反射のために現れるフリンジのピーク周波数においては、透過率は、入射角度に依らず、最大値($k=0$ においては、透過率は100%)をとる。一方、段落[0030]から、ピーク周波数からはずれた周波数においては、入射角度を増加させると透過率は、ゼロに近づく。これら2つの効果が重なると、S偏光

の透過スペクトルは、入射角度を増加させると半値幅が徐々に狭くなって、瘦せていく。このようすを図3に示す。入射角度が60度を超えると、狭くなる度合いが急激となっている。

[0032] 表1の第2行($\Delta \nu$)から、基板と基板上の薄膜においては、その透過率スペクトルのピークの周波数はずれている。基板の絶対透過スペクトル($T(S)$)と基板上の薄膜試料の絶対透過スペクトル($T(F/S)$)を測定して、それらの比(相対透過率; $T(F/S)/T(S)$)をとると、最大値と最小値が隣接した曲線が得られる。この様子を図4(a)と(b)に示す。図4(a)では、入射角度が0度、70度と85度のときの、基板上の薄膜の透過スペクトル(実線)と基板の透過スペクトル(点線)である。図4(b)の最大値と最小値が隣接した曲線のピークとボトムの高さは、段落[0031]の効果のために、入射角度を大きくする(斜入射)に従い、高くなる。この計算では、基板をシリコン($n_s = 3.4155 + i0.001$ で $d = 700 \mu m$)で薄膜をシリコンの熱酸化膜($n_f = 1.812 + i0.001$ で $d_f = 20 \mu m$)とした。基板($700 \mu m$)上の $20 \mu m$ 厚さの薄膜試料に、入射角度0度で入射したとき、最大値と最小値の間隔は20.5GHzで高さ5%のピークが現れ、入射角度70度では、最大値と最小値の間隔は4.45GHzで高さ18%のピークになり、入射角度を85度に増加させると、最大値と最小値の間隔は2.25GHzで高さ70%のピークが現れる。図4(a)と(b)から明らかなように、透過測定の相対透過スペクトルの最大値と最小値の間隔は、各々の絶対透過スペクトルの半値幅程度の幅をもっている。

[0033] 基板の k がゼロでない時は、基板と基板上の薄膜の透過率スペクトルのピークは100%より下がるが、両方で同じだけ下がるために、それらの比(段落[0030]参照)をとると、定性的には図4(a)と(b)と同じになる。一方、薄膜の k がゼロでない時は、基板上の薄膜の透過率スペクトルのピークが基板のそれより下がる。この結果、基板と基板上の薄膜の透過率スペクトルの比をとると、最大値が下がる。

[0034] <反射の場合> 基板が平行平板であれば、基板内の多重反射のために、その反射スペクトルにフリンジが現れる。このフリンジのボトム(底)位置を与える周波数(以下、「ボトム周波数」ということもある。)は、

[数4]

$$\nu_s = \frac{cN}{2d_s \sqrt{n_s^2 - \sin^2 \theta}}$$

で表される。ここで、 c と N はそれぞれ光速と整数で、 ν_s 、 d_s 、 n_s 、 θ は、それぞれボトム周波数、基板の厚さ、基板の屈折率、入射角度である。同様に、基板上の薄膜試料にも、その反射スペクトルにフリンジが現れ、このフリンジのボトム周波数は、

[数5]

$$\nu_f = \frac{cN}{2d_s \sqrt{n_s^2 - \sin^2 \theta} + 2d_f \sqrt{n_f^2 - \sin^2 \theta}}$$

で表される。ここで、 ν_f 、 d_f 、 n_f は、それぞれボトム周波数、薄膜の厚さ、薄膜の屈折率である。

[0035] 基板のボトム周波数とその基板に薄膜を成膜した試料におけるボトム周波数の差 $\Delta \nu (= \nu_f - \nu_s)$ (以下「ボトム周波数差」という。)は、(数4)と(数5)から求まり、

[数6]

$$\frac{\Delta \nu}{\nu_s} \approx - \frac{d_f \sqrt{n_f^2 - \sin^2 \theta}}{d_s \sqrt{n_s^2 - \sin^2 \theta}}$$

である。

[0036] ここで、高い誘電率の薄膜の場合についてまず見積もってみる。基板が例えばシリコン($n_s=3.4$ で $d_s=700 \mu\text{m}$)で、薄膜(厚さ $d_f=1 \mu\text{m}$)が金属のような高い誘電率の材料においては、 $n_f \sim 100$ 或いはそれ以上が可能である。この時、65GHz付近のミリ波($\lambda=4,600 \mu\text{m}$)を垂直入射で照射した時のボトム周波数差は、(数6)から、 -2.7GHz と求まる。一方、(数4)から基板のフリンジのボトム周波数は、63GHzと求まる。高い誘電率の薄膜が有る時と無い時で、ボトム周波数が、1フリンジの中で約4%($= -2.7/63$)低周波側へずれるのであるから、これは各々の試料の反射スペクトルを測定すれば、検出可能な量であり、 $1 \mu\text{m}$ の厚さの高い誘電率の薄膜の複素誘電率を求めることができる。ここで、 $nd/\lambda=0.02$ であり、図1(a)と図1(b)の中間の値である。

[0037] 次に低誘電体(Low-k)膜の場合について見積もってみる。基板が例えばシリコン(

$ns=3.4$ で $ds=700\text{ }\mu\text{m}$ で、薄膜(厚さ $df=1\text{ }\mu\text{m}$)がシリコンの熱酸化膜(SiO_2)のようなLow-k材料においては、 $nf=1.8$ である。この時、65GHz付近のミリ波を入射角度を変えながら照射した時の上記ボトム周波数差 $\Delta\nu$ (数6)と、フリンジのボトム周波数 ν_s (数4)を求めた結果を表2にまとめる。

[表2]

	0度	60度	70度	80度	85度	90度
$\Delta\nu$ (GHz)	-0.0492	-0.0447	-0.0436	-0.0430	-0.0428	-0.0428
ν_s (GHz)	63.0252	65.1749	65.5798	65.8479	65.9182	65.9419
$\Delta\nu/\nu_s$ (%)	-0.078	-0.089	-0.087	-0.085	-0.065	-0.065

Low-k薄膜が有る時と無い時で、ボトム位置が、1フリンジの中で最大約0.078%($=\Delta\nu/\nu_s=-0.04916/63.02520$)しか低周波数側へ変位しない。このために各々の試料の反射スペクトルを測定しても、ボトム周波数差を検出できず、このままではLow-k薄膜の複素誘電率を求めることができない。

表2の計算においては、シリコンの複素屈折率の実数部が有限の値($ns=3.4$)で、虚数部をゼロ($k=0$)としているので、反射スペクトルのボトムにおいては、反射率は0%になっている。さらに、表2の第3行目(ν_s)は、第一番目のフリンジのボトム周波数($N=1$)で、さらに、フリンジのボトム間隔でもある。

[0038] 図2は、S偏向とP偏向の透過率(T_s と T_p)と反射率(R_s と R_p)の入射角度依存性である。ここでは、ボトム周波数より低周波側の60GHzの計算結果である。S偏向の反射率(R_s)に注目すると、入射角度が大きくなるに従い、反射率は、30度程度から単調に増加を始め、60度程度から増加の度合いを強め、90度で1になっている。P偏向の反射率(R_p)でも75度付近のブリュスター角度で最小値になった後は、入射角度を増加させると、反射率は単調に増加して、90度で1になっている。

[0039] 段落[0037]から基板内の多重反射のために現れるフリンジのボトム周波数においては、反射率は入射角度に依らず、最小値($k=0$ においては、反射率は0%)をとる。一方、段落[0038]からボトム周波数からはずれた周波数においては、入射角度を増加させると反射率は1に近づく。これら2つの効果が重なると、反射スペクトルは、入射角度を増加させると半値幅が徐々に狭くなって、鋭いスペクトルになる。このようす

を図5に示す。この図においては、入射角度が、 0° (◆)、 60° (▲)、 70° (●)、 80° (■)と 85° (実線)の各角度での反射スペクトルを周波数に関してプロットしてある。入射角度が 60° を越えると、狭くなる度合いが急激となっている。

[0040] 段落[0037]の表2の第2行($\Delta \nu$)から、基板と基板上の薄膜においては、その反射率スペクトルのボトムの周波数はずれている。特定の入射角度(斜入射)で基板の絶対反射スペクトル($R(S)$)と基板上の薄膜試料の絶対反射スペクトル($R(F/S)$)を測定して、それらの比(相対反射率; $R(F/S)/R(S)$)をとると段落[0039]の効果のために、最小値と最大値が隣接した曲線が得られる。このようすを図6(a)と(b)に示す。この計算においては、基板をシリコン($n_s=3.4155+i0.001$ で $d_s=700\mu\text{m}$)とし、薄膜をシリコンの熱酸化膜($n_f=1.812+i0.001$ で $d_f=20\mu\text{m}$)としている。図6(a)においては、入射角度が 0° 、 70° と 85° のときの、基板上の薄膜の絶対反射スペクトル(実線)と基板の絶対反射スペクトル(点線)である。図6(b)は、各角度で実線のスペクトルと点線のスペクトルの比である。この図においては、縦軸は、対数で目盛ってある。相対反射スペクトルの最小値は、基板上の薄膜の反射スペクトルのボトムとほぼ一致しており、相対反射スペクトル最大値は、基板の反射スペクトルのボトムとほぼ一致している。このために、入射角度を変えても、最小値と最大値の間隔は、 0.2GHz とほぼ一定である。さらに、最小値と最大値の高さもほぼ一定で、 $10,000\%$ となる。この結果は、段落[0032]と図4(a)と(b)で述べた、相対透過スペクトルと大きく異なっている。ここでの計算においては、基板と薄膜の両方の消衰係数(k)をゼロではなく、 $k=0.001$ として計算した。これは、段落[0037]で述べたように、 $k=0$ においては、反射率ボトムは 0% になり、相対反射率を計算すると、基板の反射率ボトムの周波数で、スペクトルが発散してしまうためである。この意味の無い発散を回避するために、 $k=0.001$ と置いた。

[0041] 基板の消衰係数 k がゼロ以上の有限の値の時は、基板と基板上の薄膜の反射率スペクトルのボトムは 0% より上がるが、両方で同じだけ上がるために、それらの比(段落[0040]参照)をとると、定性的には図6(b)と同じになる。

[0042] 薄膜の消衰係数 k がゼロ以上の有限の値の時は、基板上の薄膜の反射率スペクトルのボトムが基板のそれより上がるが、基板の反射率スペクトルのボトムは、変化を受

けない。この結果、基板と基板上の薄膜の反射率スペクトルの比(相対反射率;
 $R(F/S)/R(S)$)をとると、最大値は、ほぼ一定であるが、最小値は、上がる。この計算
 結果を図7の(a)と(b)に示す。図7(a)は入射角度70度で薄膜の消衰係数を
 $k=0.001$ から $k=0.2$ まで変えたときの相対反射率スペクトルである。薄膜の k を変化させ
 ても、最大値は、ほとんど一定であるが、最小値は、 k が大きくなるに従い大きくなって
 いる。図7(b)は、 k と最小値の関係をプロットしたものである。最小値が k の増加により
 大きくなるが、この増加は入射角度にほとんどよらないことがわかる。

[0043] 薄膜の屈折率が大きくなるに従い相対反射率スペクトルは、(数6)より、最大値と最
 小値の間の距離が大きくなることからわかる。この計算結果を図8(a)と(b)に示す。図8
 (a)は入射角度70度で薄膜の屈折率を $n=1.112$ から $n=3.4155$ まで変えたときの相対
 反射率スペクトルである。 n を大きくするに従い、最大値の位置は、同じであるが、最
 小値は、低周波側にシフトしている。図8(b)は最大値と最小値の間の周波数を薄膜
 の n に関してプロットしたものであるが、この周波数は n の増加により増加するが、入射
 角度にほとんどよらないことがわかる。

[0044] 薄膜の厚さが変化したときの相対反射率スペクトルの形状に及ぼす影響は、(数6)
 より、薄膜の屈折率が変化したときとほぼ同じであることがわかる。この計算結果を図
 9(a)と(b)に示す。図9(a)は入射角度70度で薄膜の厚さを $df=1\mu\text{m}$ から $20\mu\text{m}$ まで
 変えたときの相対反射率スペクトルである。 df を大きくするに従い、最大値の位置は
 同じであるが、最小値は低周波側にシフトしている。図9(b)は最大値と最小値の間
 の間隔を薄膜の df に関してプロットしたものであるが、この間隔は df の増加により増加
 するが、入射角度にほとんどよらないことがわかる。

発明の効果

[0045] 上述のように、電気的な測定に依らず光学的な測定により、薄膜の厚さが $1\mu\text{m}$ 以
 下であっても基板上の薄膜の複素誘電率を測定することができる。

図面の簡単な説明

- [0046] [図1]垂直入射における基板と基板上の薄膜の透過率スペクトル
- [図2]S偏向とP偏向の透過率と反射率の入射角度依存性
- [図3]入射角度を変えたときのS偏向の透過率スペクトル形状

[図4](a) 基板と基板上的薄膜の絶対透過率スペクトルの入射角度依存性 (b) これらのスペクトルから求めた相対透過率スペクトルの入射角度依存性

[図5] 入射角度を変えたときのS偏向の反射率スペクトル形状

[図6](a) 基板と基板上的薄膜の絶対反射率スペクトルの入射角度依存性 (b) これらのスペクトルから求めた相対反射率スペクトルの入射角度依存性

[図7](a) 基板と基板上的薄膜の相対反射率スペクトルの薄膜の消衰係数依存性、(b) これらのスペクトルから求めたスペクトルの最小値を消衰係数に関してプロットした図

[図8](a) 基板と基板上的薄膜の相対反射率スペクトルの薄膜の屈折率依存性、(b) これらのスペクトルから求めたスペクトルの最大値と最小値の間の間隔を屈折率に関してプロットした図

[図9](a) 基板と基板上的薄膜の相対反射率スペクトルの薄膜の膜厚依存性、(b) これらのスペクトルから求めたスペクトルの最大値と最小値の間の間隔を薄膜の膜厚に関してプロットした図

[図10] 光の透過による複素誘電率測定装置の概念図(実施例1)

[図11] S偏向で70度入射の時の相対透過率の測定結果とベストフィッティング結果図

[図12] 入射角度を変えたときのS偏光の相対透過率の測定結果図

[図13] 入射角度85度において試料面上で測定場所を変えたときの相対透過率の測定結果図

[図14] 光の反射による複素誘電率測定装置の概念図(実施例2)

[図15](a) 入射角度が70度における、厚さ700 μm のシリコン基板とその基板上的の厚さ20 μm の SiO_2 薄膜のそれぞれの反射パワーを示す図、(b) 上記スペクトルの相対反射スペクトルを示す図

符号の説明

- [0047] 10 複素誘電率測定装置
 11 試料
 12 光源
 13 検出器

- 14 メカニカルチョッパ
- 15, 17, 20, 22 レンズ
- 16, 18, 19, 21 アパーチャー
- 23 ポーラライザー及び光パワー減衰器
- 30 入射系
- 31 受光系

発明を実施するための最良の形態

[0048] 以下に、発明を実施するための最良の形態を示す。

実施例 1

[0049] <光の透過による実施例> 本発明に係わる光の透過による複素誘電率測定の実施例を図面を参照して説明する。

図10は、複素誘電率測定装置10の概念図である。光源12(この図においては、ミリ波後進波管(BWO))を出たCW光は、メカニカルチョッパ14で強度変調をうける。レンズ15とアパーチャー16を通過した光は、平面波になる。試料11の前面でレンズ17とアパーチャー18により試料面上に集光する。この入射系30に必要なに応じてポーラライザー(この図においては、省略)と光パワーの減衰器(この図においては、省略)を入れる。試料を透過した光のみをレンズ20とアパーチャー19で受信して平面波にする。この光をレンズ22とアパーチャー21で受けて検出器13(この図においては、ゴーレーセル)に集光する。光の強度信号は、検出器で電気信号に変換されて計測器(この図においては、省略)に送られる。試料から検出器までを受光系31と呼ぶことにする。光源、試料、検出器等は、ほぼ一直線上に並んでいる。この光の進行方向をz軸にとる。光源は、試料への光の入射位置を任意に変えるために、x-y自動ステージ(この図においては、省略)に載せてある。試料は入射角度を変えるために、自動回転ステージ(この図においては、省略)に載せてあり、垂直軸(y軸)の回りに自由に回転できる。検出器は最適の位置に設置できるように、x-y-z自動ステージ(この図においては、省略)と自動回転ステージ(この図においては、省略)に載せてある。試料ホルダー(この図においては、省略)は斜入射でも入射光を遮蔽しないように工夫をしてあり、さらに試料を透過しない光が受光系に入射することを避けるために、試料ホ

ルダ－には電波吸収体(この図においては、省略)を取り付けてある。試料に平行光線を入射させるときには、レンズ17と20は使わない。

[0050] 直径4インチで厚さ700 μm のシリコン基板上に、厚さ10 μm の熱酸化膜(SiO_2)を両面に成膜し、次に、表裏の同じ位置の熱酸化膜を半月状に完全に除膜しシリコン面が露出した試料を準備した。この試料を図10の試料ホルダ－上にセットした。S偏向の光を熱酸化膜の残っている面(上半分面)と、除膜した面(下半分面)に、斜入射(入射角度70度)で照射してその時の各々の透過スペクトルを測定し、それぞれ $T(\text{SiO}_2/\text{Si})$ と $T(\text{Si})$ と呼ぶことにする。ここで基板に対する基板上的薄膜試料の透過スペクトルの比(相対透過率 $=T(\text{SiO}_2/\text{Si})/T(\text{Si})$)を求めた。この結果を図11の実線で示す。この図に表れている『最大値と最小値が隣接した曲線』は、図4(b)の計算結果と定性的に良く一致をしている。次に、S偏光の光が(多層)平行平板試料に入射したときの透過率スペクトル形状を表現する式は、多くの光学の本にある(例えば、段落[0023]の「非特許文献4」)。これらの式で基板のみの透過率スペクトル($T_s(\text{Si})$)をシリコンの光学定数($n_s=3.4155$ と $k_s=0$)と基板厚さ($d_s=700 \mu\text{m}$)を用いて計算し、基板と薄膜からなる試料の透過率スペクトル($T_s(\text{SiO}_2/\text{Si})$)を薄膜の厚さ($d_f=20 \mu\text{m}$)と基板の光学定数と厚さを用い、薄膜の光学定数を未知数(n_f と k_f)として、図11の測定結果(実線)にベストフィッティングした結果が図11の黒丸である。このようにして求めた薄膜の複素屈折率は $n_f=2.00$ と $k_f=0.08$ である。これらから、段落[0011]の関係式を用いると、65GHzでの SiO_2 薄膜の複素誘電率の実数部 $\epsilon_1=3.994$ 、その虚数部 $\epsilon_2=0.32$ と求まる。

[0051] 段落[0050]と同じ試料を用い、入射角度を変えて測定した結果を図12に示す。この測定結果においては、入射角度が0度～40度の間においては、相対透過率にほとんど差が無くて、60度、70度、80度、そして85度と入射角度を増加させると相対透過率に表れている構造が成長している。この入射角度依存性も図4(b)の計算結果と良く一致をしている。

[0052] 一様な厚さ700 μm のシリコン基板(成膜をしていない基板のみの試料)を図10の試料ホルダ－にセットして、試料への入射角度を85度に設定した。次に、試料面に垂直で中心を通る軸の回りで試料を回転させながら、各角度で試料の上半分面の透

過スペクトルと下半分面の透過スペクトルを測定し、それらのスペクトルの比(相対透過率)を計算した。この結果を図13(a)に示してある。もし、シリコンウェーハが完全な平行平板であれば、図4(b)に類似の最大値と最小値が隣接した構造は現れないはずである。しかし、図13(a)では、最大値と最小値が隣接した構造が出現している。この図13(a)で試料の回転角度の原点を、相対透過率スペクトルの最大値と最小値の高さが一番低い曲線(つまり一番平坦な曲線)になるときの角度として選んだ。角度のプラス側では、相対透過率スペクトルは図4(b)と類似の形状で、角度が大きくなり45度に近づくに従い、最大値と最小値の高さは大きくなっている。一方、角度のマイナス側の相対透過率スペクトルは、角度0度の相対透過率スペクトルに対して、角度のプラス側の相対透過率スペクトルのほぼ鏡映になっている。これらの測定結果から、半導体産業で現在使われている市販のシリコンウェーハは、図13(b)に模式図で示すような『楔形円盤』であると考えられる。このシリコンウェーハの厚さむら(最大厚さと最小厚さの差)は、 $2\mu\text{m}$ と見積もられる。このように本発明の『光学スペクトルの測定による試料の複素誘電率測定装置』は、試料の平坦度測定も可能にしている。

実施例 2

[0053] <光の反射による実施例> 本発明に係わる光の反射による複素誘電率測定の実施例を図面を参照して説明する。

図14は、複素誘電率測定装置10の概念図である。光源12を出たCW光は、メカニカルチョッパ14で強度変調をうける。レンズ15とアパーチャー16を通過した光は、平面波になる。試料11の前面でレンズ17とアパーチャー18で試料面上に集光する。この入射系30に必要な応じてポーラライザーと光パワー減衰器(この図の23)を入れる。試料を反射した光のみをアパーチャー19とレンズ20で受信して平面波にする。この光をアパーチャー21とレンズ22で受けて検出器13に集光する。光の強度信号は、検出器で電気信号に変換されて計測器(この図においては、省略)に送られる。試料から検出器までを受光系31と呼ぶことにする。試料は、試料への光の入射位置を任意に変えるために、x-y自動ステージ(この図においては、省略)に載せてある。さらに試料は入射角度を変えるために、自動回転ステージ(この図においては、省略)に載せてあり、垂直軸(y軸)の回りに自由に回転できる。検出器は最適の位置に設置でき

るように、x-y-z自動ステージ(この図においては、省略)と自動回転ステージ(この図においては、省略)に載せてある。試料ホルダー(この図においては、省略)は斜入射でも入射光を遮蔽しないように工夫をしてあり、さらに試料ホルダーで反射した光が受光系に入射することを避けるために、試料ホルダーには電波吸収体(この図においては、省略)を取り付けてある。試料に平行光線を入射させるときには、レンズ17と20は使わない。

[0054] 直径4インチで厚さ700 μm のシリコン基板上に、厚さ10 μm の熱酸化膜(SiO_2)を両面に成膜し、次に、表裏の同じ位置の熱酸化膜を半月状に完全に除膜しシリコン面が露出した試料を準備した。この試料を図14の試料ホルダー上にセットした。S偏向の光を熱酸化膜の残っている面(上半分面)と、除膜した面(下半分面)に、斜入射(入射角度70度)で照射してその時の各々の反射パワーを測定し、それぞれ $R(\text{SiO}_2/\text{Si})$ と $R(\text{Si})$ と呼ぶことにする。これらの測定結果を図15(a)に示す。この図において、実線が $R(\text{SiO}_2/\text{Si})$ 、点線が $R(\text{Si})$ であり、両方の曲線は、65GHz近傍で最小値になり、65GHzより低周波側においては、点線のほうが実線より大きいが、65GHzより高周波側においては、大小関係が逆転している。この結果は、図6(a)とよく一致している。次に、基板($R(\text{Si})$)試料の反射スペクトルに対する基板上の薄膜($R(\text{SiO}_2/\text{Si})$)試料の反射スペクトルの比(相対反射率 $=R(\text{SiO}_2/\text{Si})/R(\text{Si})$)を求めた。この結果を図15(b)に示す。この図に表れている『最小値と最大値が隣接した曲線』は、図6(b)の計算結果と定性的に良く一致をしている。

[0055] 測定結果図15(a)と(b)から、複素誘電率を求める方法を述べる。まず図15(a)において、基板(Si)上の熱酸化膜(SiO_2)付きの試料の反射パワーのボトム値と、基板(Si)のみの試料の反射パワーのボトム値が、同じである。この結果と段落[0042]と図7(a)から、薄膜の消衰係数はゼロ($k=0$)と見積もられる。次に図15(b)から『最小値と最大値の間の距離』が、0.5GHzと求まった。[数6]の式において、ボトム周波数、基板の厚さ、基板の屈折率、入射角度と薄膜の厚さが既知なので、薄膜の屈折率(n_f)が、 $n_f=1.3$ と求まる。これらの結果と段落[0011]の関係から、 SiO_2 薄膜の複素誘電率の実数部 $\epsilon_1=1.69$ で、虚数部 $\epsilon_2=0$ と求まる。

請求の範囲

- [1] 誘電率測定方法において、試料に光を照射し、該光が該試料を透過又は反射した光を測定し、該透過光又は反射光のスペクトルに基づいて該試料の複素誘電率を求めることを特徴とする誘電率測定方法。
- [2] 上記試料への上記入射光の入射角度を60度以上90度未満とすることにより、該試料の複素誘電率を求めることを特徴とする請求項1に記載の誘電率測定方法。
- [3] 上記試料は、一様な誘電率で一様な厚さの基板又は該基板の一部に薄膜が設けられた試料であることを特徴とする請求項1又は2に記載の誘電率測定方法。
- [4] 上記照射する光は、S偏光であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の誘電率測定方法。
- [5] 上記照射する光の波長は、ミリ波、サブミリ波又はテラヘルツ領域の光であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の誘電率測定方法。
- [6] 誘電率測定装置において、試料に光を照射し、該試料による該光の透過光又は反射光を測定し、該透過光又は反射光のスペクトルに基づいて該試料の複素誘電率を求めることを特徴とする誘電率測定装置。
- [7] 上記試料への入射光の位置が可変であり、上記透過光又は反射光を受光する検出器の位置も可変であることを特徴とする請求項6に記載の誘電率測定装置。
- [8] 上記試料への入射光の入射角度が可変であることを特徴とする請求項6又は7に記載の誘電率測定装置。

要 約 書

平行平板状の基板は、入射光の波長(λ)が

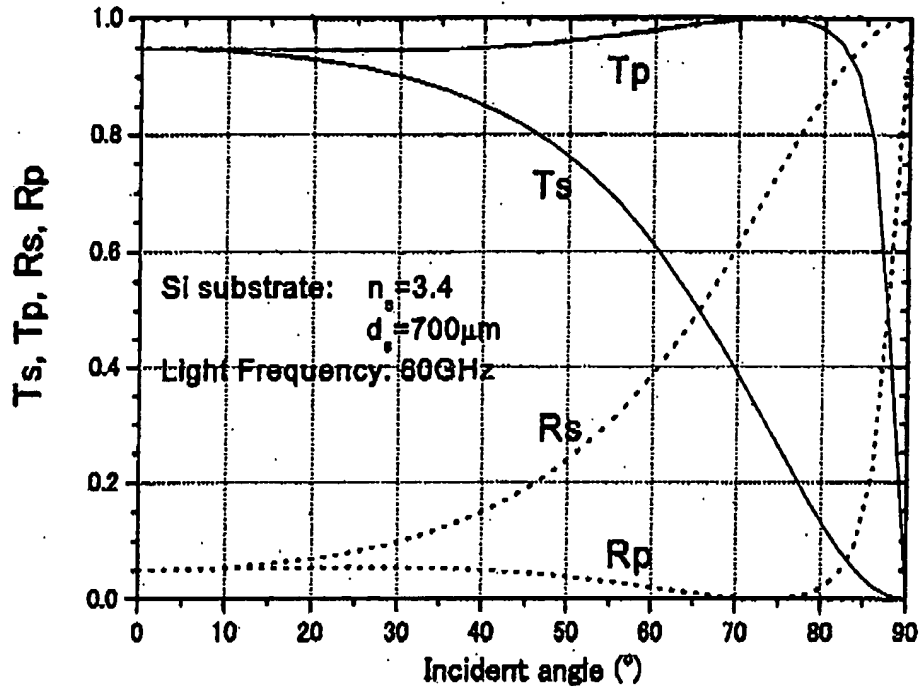
【数7】

$$\frac{2nd\sqrt{1-\left(\frac{\sin \theta}{n}\right)^2}}{\lambda} = N$$

(d は厚さ、 n は屈折率、 θ は入射角度、 N は整数)になるところで干渉条件を満たす。このとき透過スペクトルでは光が強めあい、フリンジのピークが現れ、反射スペクトルでは光が弱めあい、フリンジのボトム(底)になる。その周辺波長(周波数)では、入射角度を増加させると透過率はゼロに近づき、一方反射率は増加して1に近づく。この基板に薄膜を載せて厚さを増加させることは、【数7】において基板の厚さを増加させることに類似していて、干渉条件を満たす波長は長波長(低周波数)側にずれる。これら3つの効果のために、大きな入射角度で基板のみの光学(透過や反射)スペクトルに対する基板と薄膜からなる系の光学スペクトルの比のスペクトルは、最大値と最小値が隣接した構造のスペクトルになり、この相対透過スペクトル又は相対反射スペクトルを解析することより薄膜の複素誘電率を求めることができる。

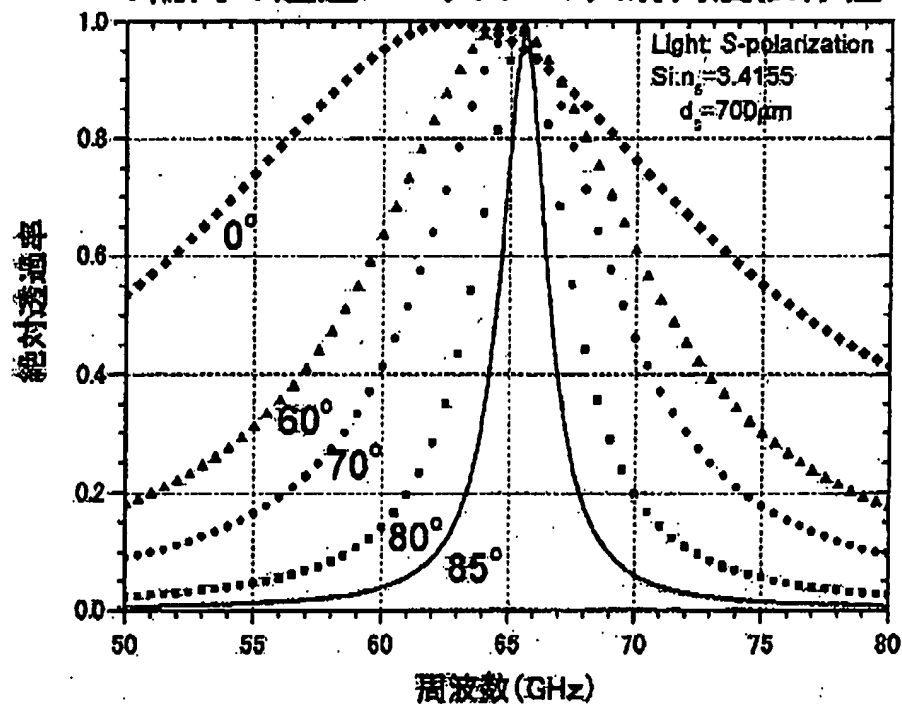
[図2]

S偏向とP偏向の透過率と反射率の入射角度依存性



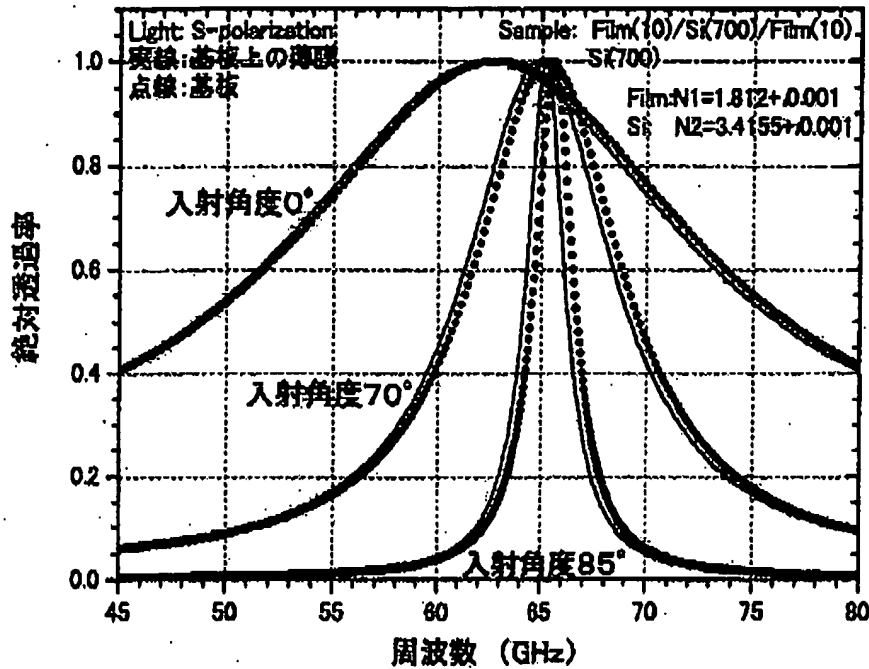
[図3]

S偏向の透過スペクトルの入射角度依存性

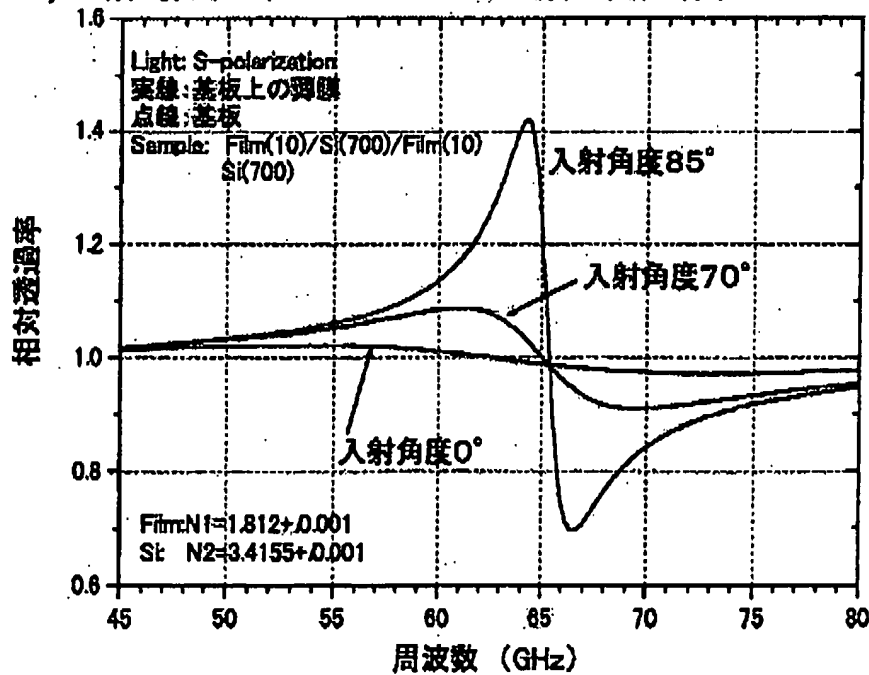


[図4]

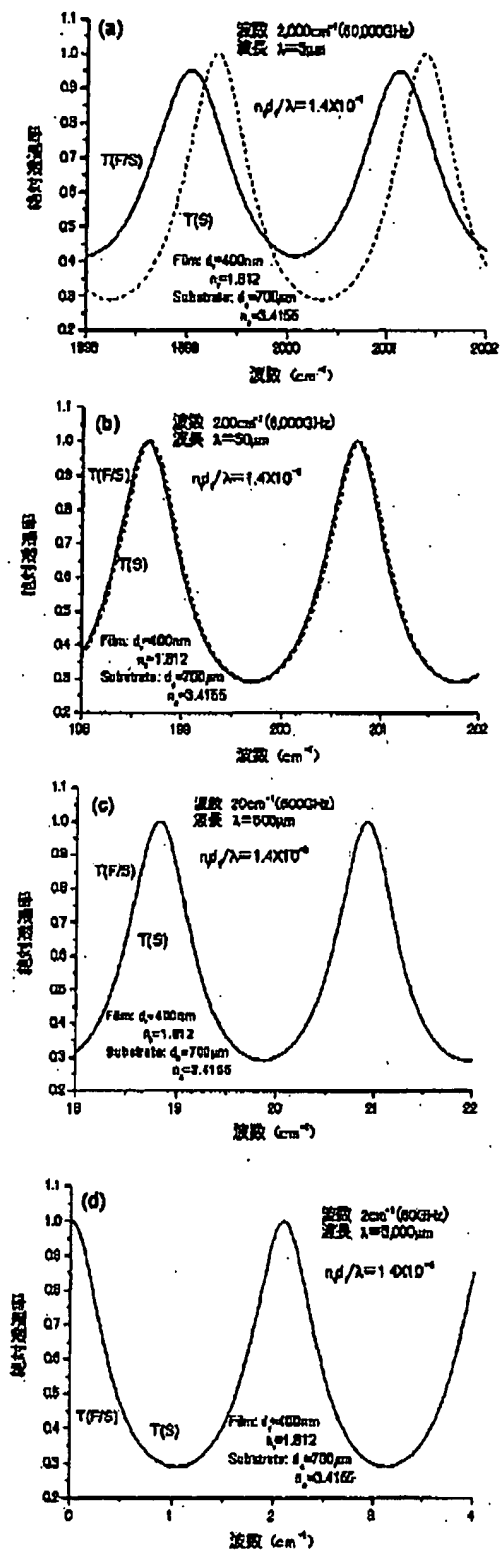
(a) 絶対透過率スペクトルの入射角度依存性



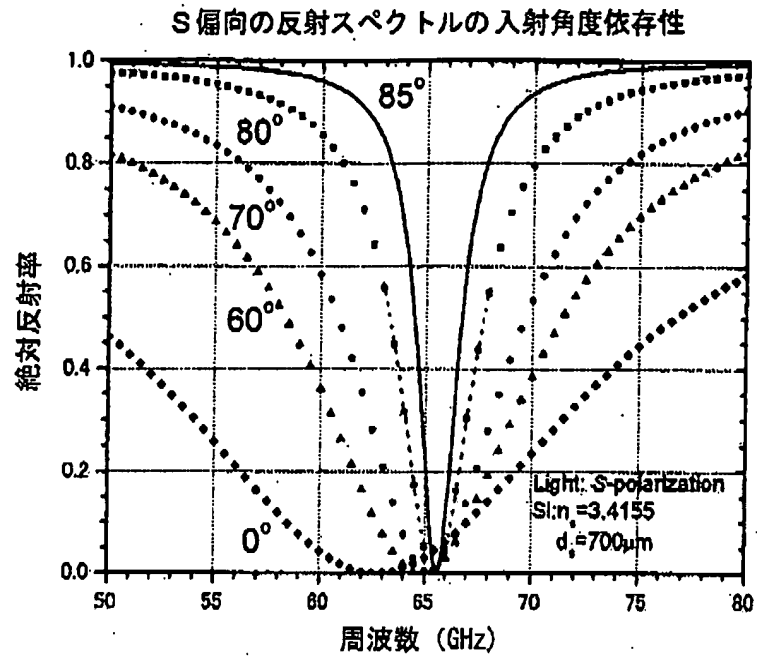
(b) 相対透過率スペクトルの入射角度依存性



[图1]

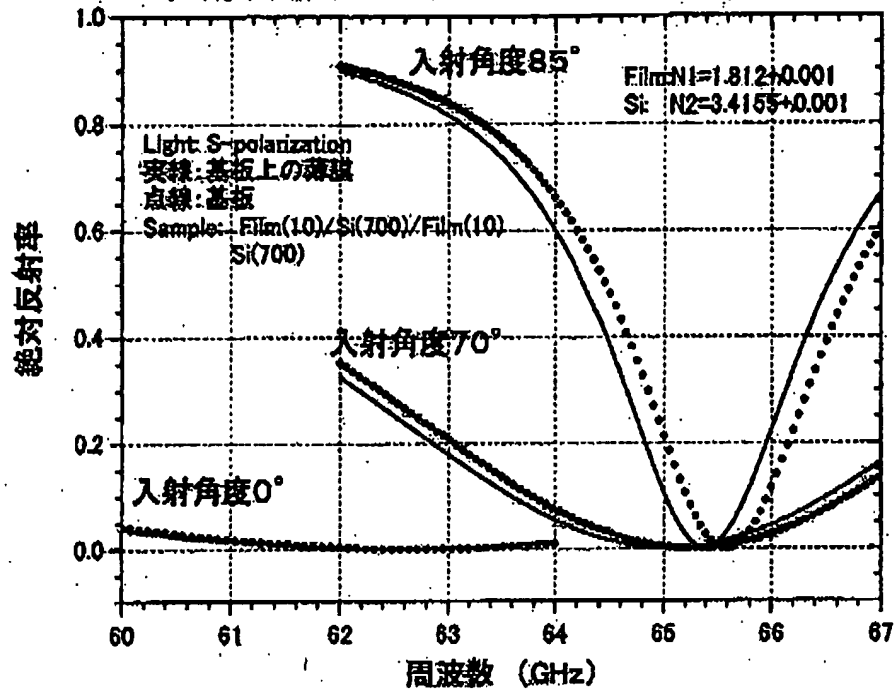


[図5]

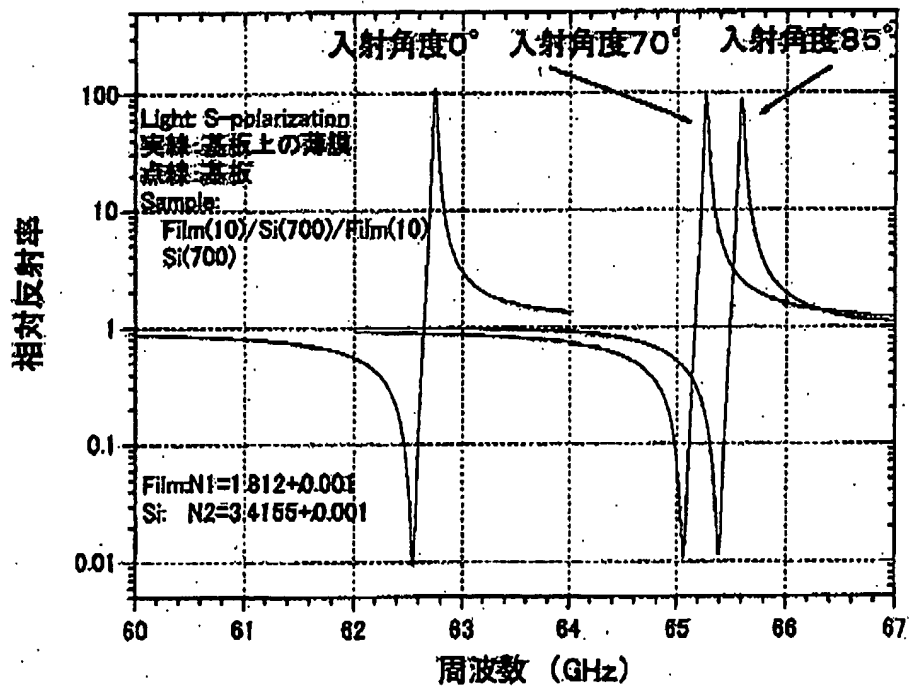


[図6]

(a) 絶対反射率スペクトルの入射角度依存性

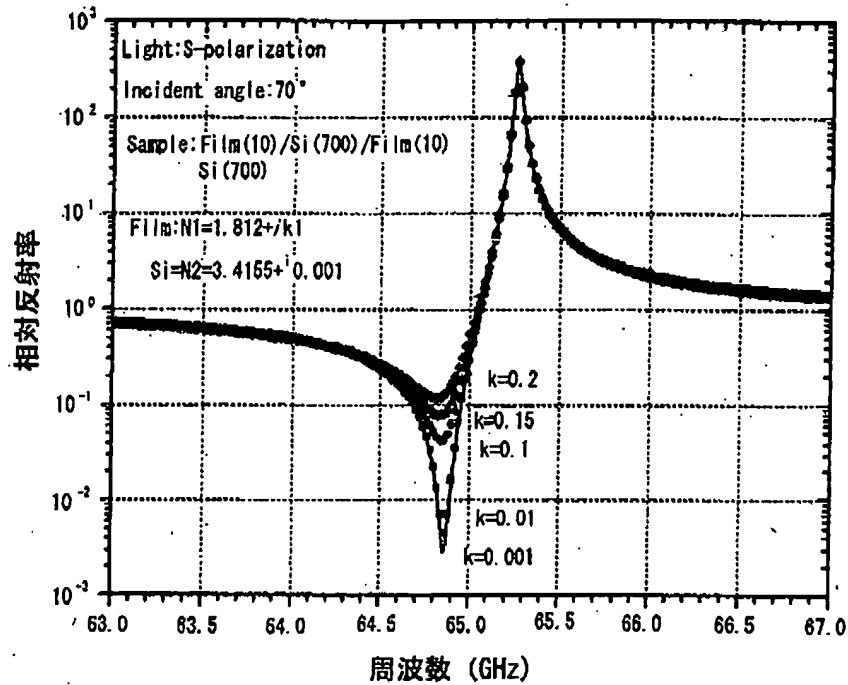


(b) 相対反射率スペクトルの入射角度依存性



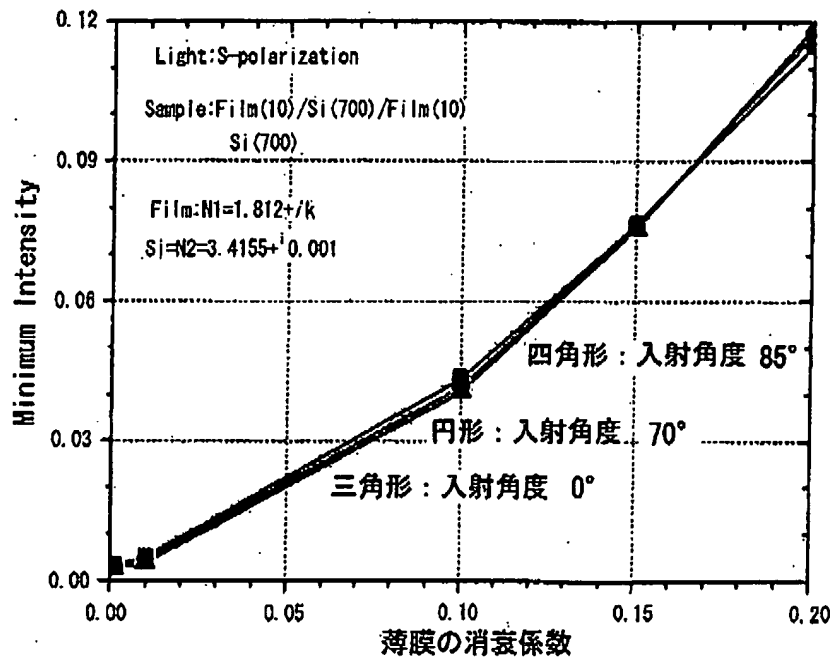
[図7]

(a) 薄膜の消衰係数依存性 (入射角度 70度)



(b)

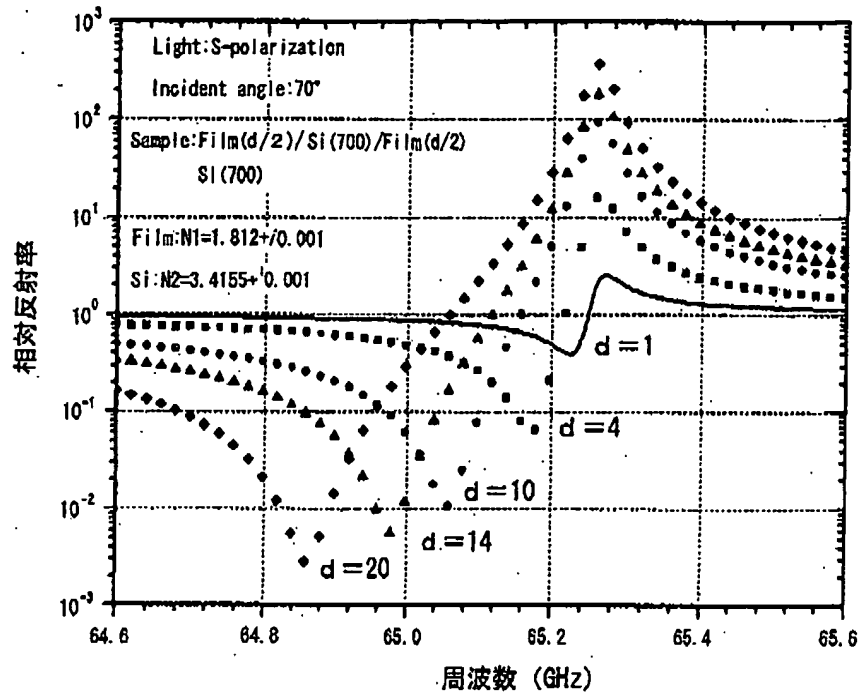
相対反射率の最小の大きさ



[図9]

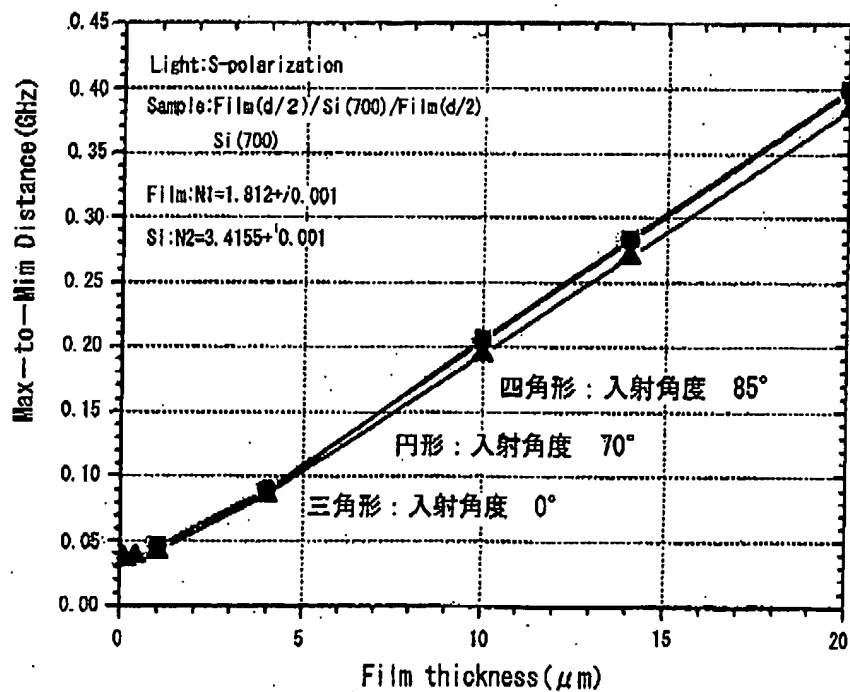
(a)

薄膜の膜厚依存性 (入射角度 70度)



(b)

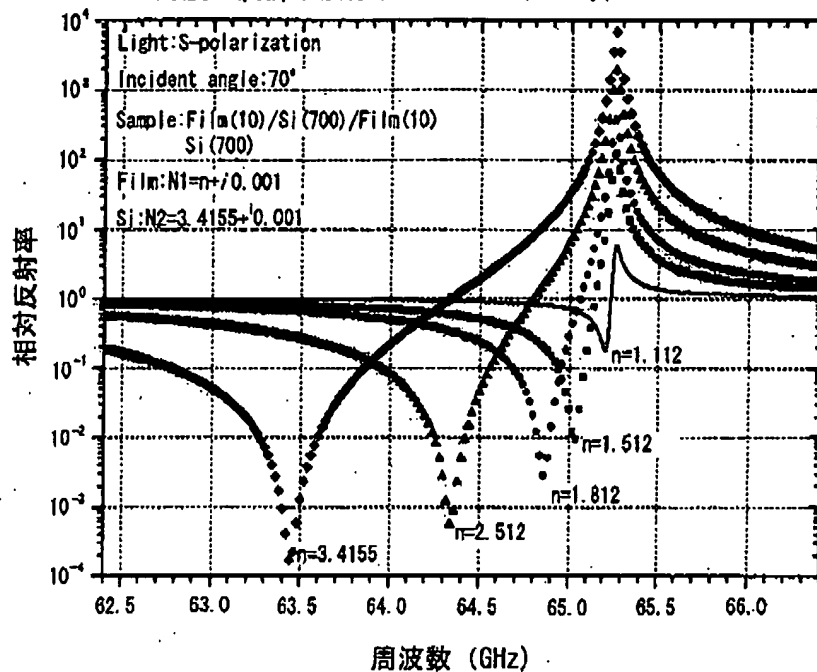
最大値と最小値の間隔



[図8]

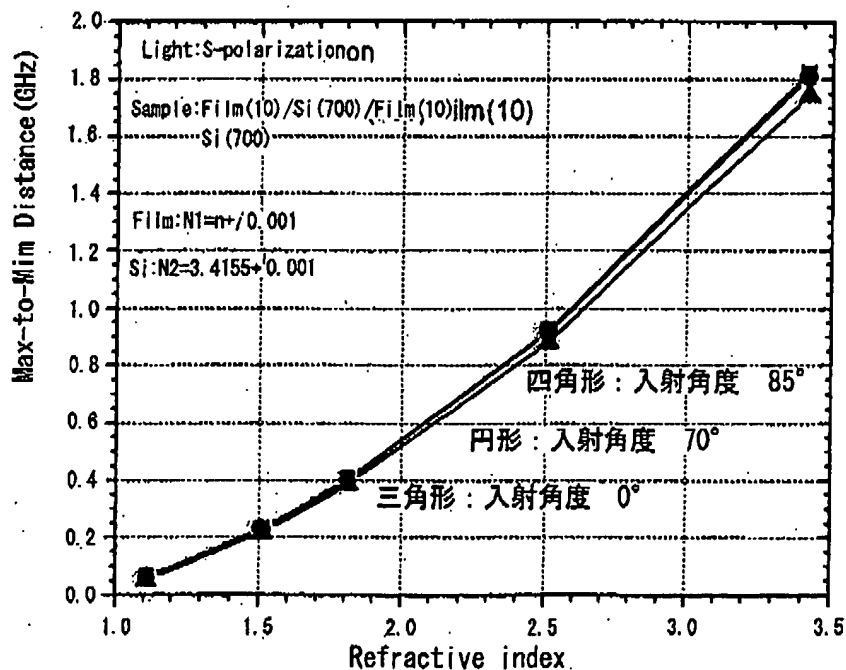
(a)

薄膜の屈折率依存性 (入射角度 70度)



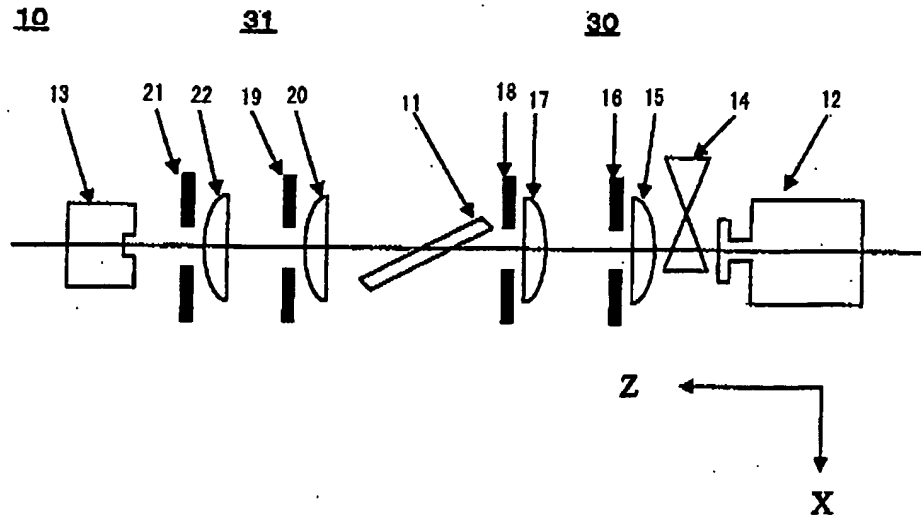
(b)

最大値と最小値の間隔



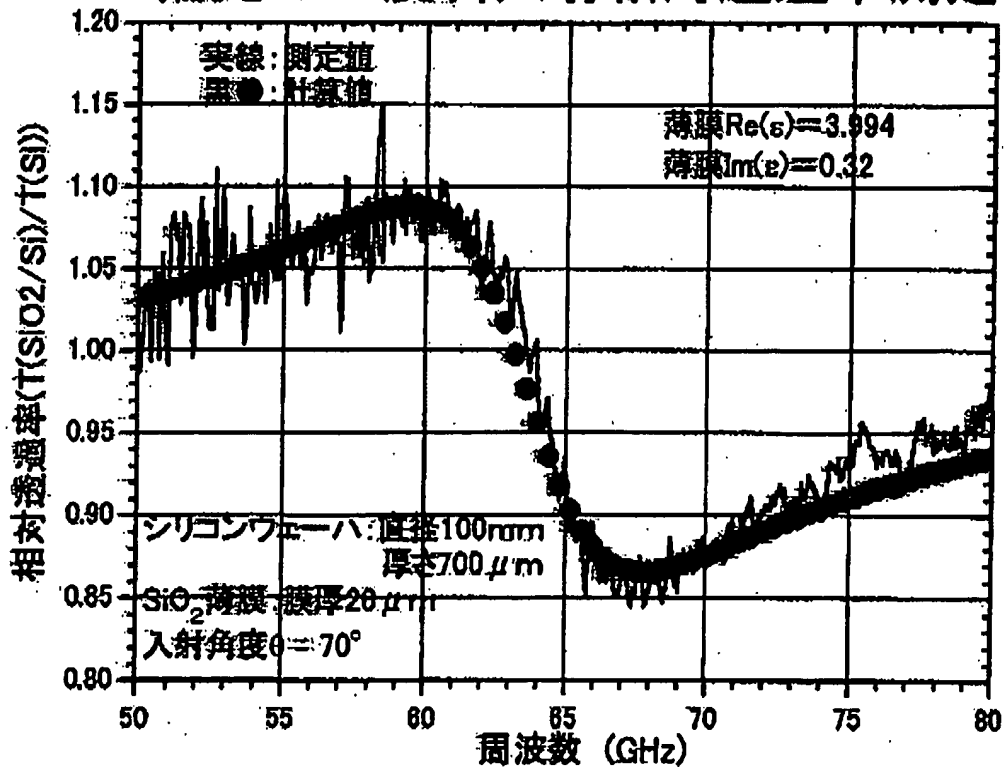
[図10]

複素誘電率測定装置

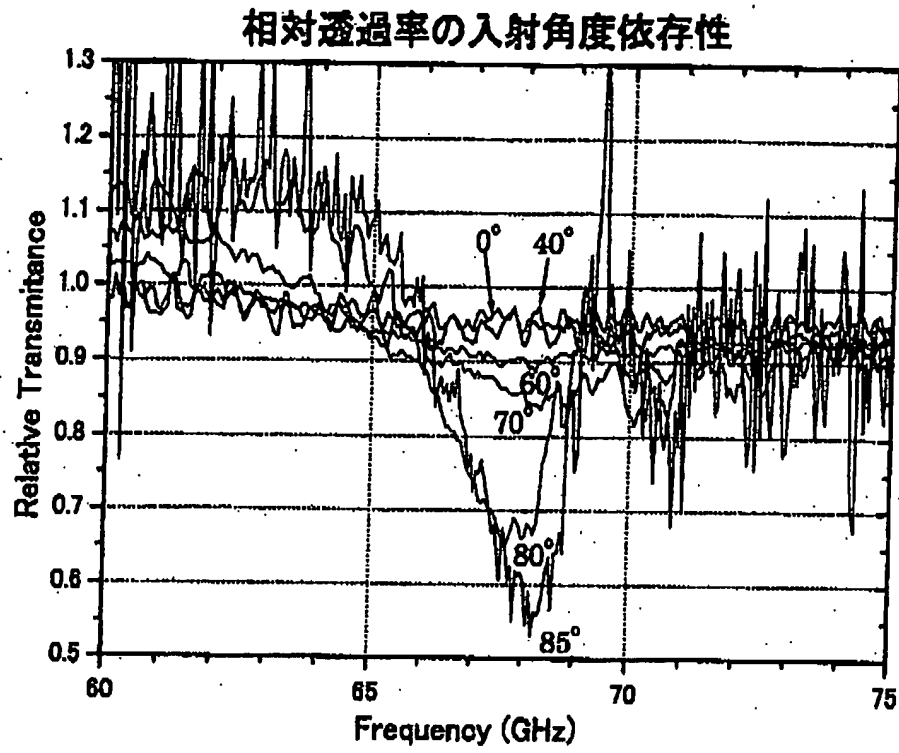


[図11]

S偏光の70度斜入射相対透過率測定

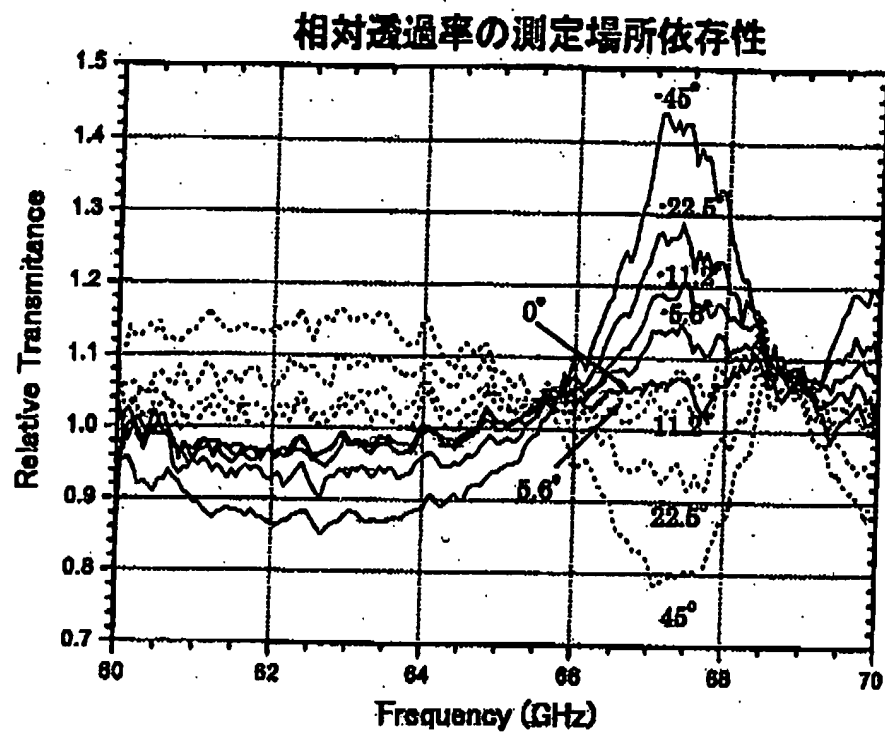


[図12]

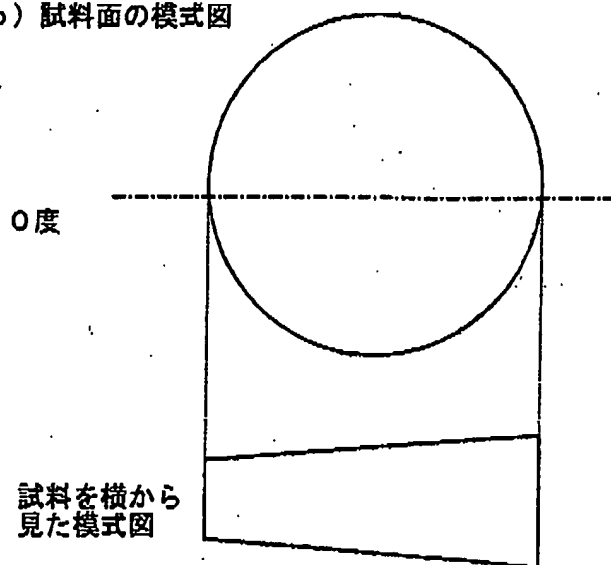


[図13]

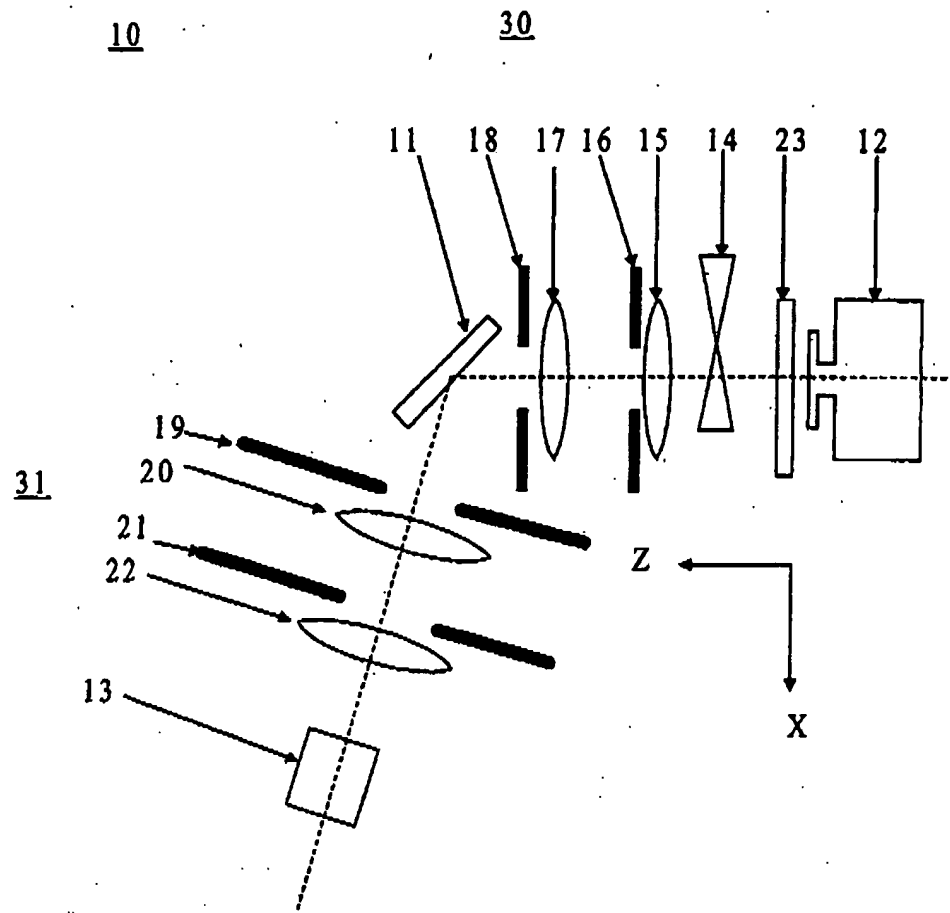
(a)



(b) 試料面の模式図

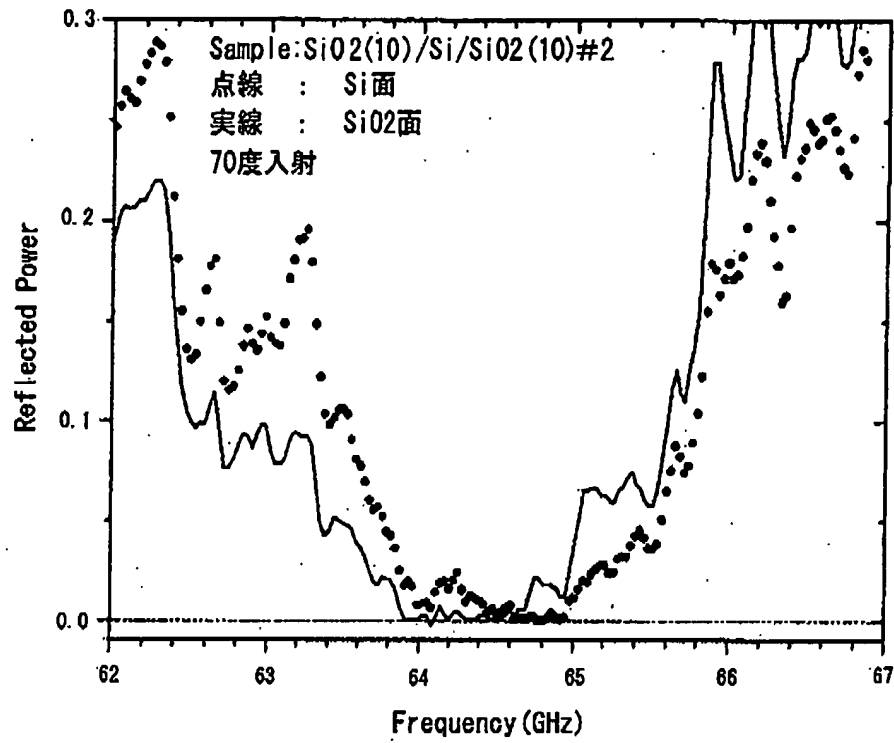


[図14]



[図15]

(a) 反射スペクトル



(b) Low-k 薄膜の相対反射率

